

スラリー条件によらず粒子分散状態を統一的に表現できる新規指標の確立

著者	北井 奈々
出版者	法政大学大学院理工学研究科
雑誌名	法政大学大学院紀要．理工学・工学研究科編
巻	61
ページ	1-2
発行年	2020-03-24
URL	http://doi.org/10.15002/00022767

スラリー条件によらず 粒子分散状態を統一的に表現できる新規指標の確立

ESTABLISHMENT OF A NOVEL UNIVERSAL INDEX TO REPRESENT PARTICLE DISPERSION STATE REGARDLESS OF SLURRY CONDITIONS

北井奈々

Nana KITAI

指導教員 森隆昌

法政大学大学院理工学研究科応用化学専攻修士課程

In this study, we measured the hydrostatic pressure of slurry prepared in various conditions under gravitational settling. Additionally, the time change of hydrostatic pressure for the slurry whose particles are assumed to perfectly disperse as primary particle was calculated. In order to calculate the hydrostatic pressure curve more precisely, the particle size distribution measured by sedimentation method. The novel index, the area ratio of measured hydrostatic pressure to calculated one, was introduced to discuss the particles dispersion state. It was shown that the index (hydrostatic pressure ratio) had a good connection to the final packing fraction of the sediment for all slurries used in this study, indicating that the index should be useful to quantitatively represent the particle dispersion state regardless of the slurry conditions.

Key Words : Slurry, Gravitational settling, Dispersion state

1. 緒言

化粧品やセラミックスなどの原料粒子は、分散媒中に分散させたスラリーとして扱われることが多い。スラリー中粒子の分散状態は最終製品の特性や性能に多大な影響を及ぼすことが知られており、粒子分散状態を評価することは非常に重要であるといえる。

実際の産業現場では、一次粒子径や材質、密度や形状の異なる原料粒子、密度や粘度の異なる分散媒の中から適切なものを選択し、最終製品の目的に合った粒子濃度のスラリーを調製している。しかしながら従来のスラリー評価では、同一原料のスラリーについてどれが分散がよいかを判断するなど、相対的な分散評価が行われることが多く、様々なスラリーについて、スラリー中の粒子分散の度合いを定量的に表すことは難しかった。

そこで本研究では、スラリー中粒子の沈降現象に着目し、粒子分散状態を定量的に表すための新規指標を確立することを試みた。さらに、提案した指標の妥当性を、成形体充填率に相当する堆積層充填率との関係を調査することで検証した。

2. 実験

(1) スラリー調製

試料粉体には、アルミナ研磨材 3 種 (WA#3000, #4000, #6000, 粒子径 4.0, 3.0, 2.0 μm , 密度 3.96 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, フジミイ

ンコーポレーテッド), 球状シリカ (HS-207, 粒子径 9.5 μm , 密度 2.21 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, 日鉄ケミカル&マテリアル), 六角板状酸化亜鉛 (XZ-1000, 長径 1.0 μm , 短径 0.3 μm , 密度 5.61 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, 堺化学工業) を用いた。

アルミナ研磨材は、分散媒にイオン交換水を用いてボールミル混合を行い、粒子濃度 6 vol% のスラリーを調製した。#4000 は 8, 10 vol% のスラリーも調製した。pH 調整を行い、粒子分散状態が異なるスラリーを 5 種類調製した。

球状シリカは水簾を行ったのち、分散媒に NaCl 溶液を用いてボールミル混合を行い、粒子濃度 15 vol% のスラリーを調製した。NaCl 溶液の濃度を変えることで粒子分散状態が異なるスラリーを 3 種類調製した。

六角板状酸化亜鉛は、分散媒に NaCl 溶液、分散剤にポリカルボン酸アンモニウム (PCA, セルナ D-305, 中京油脂) を用いた。分散媒に PCA を 1.0 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 溶解させ、試料粉体とともにボールミル混合を行い、粒子濃度 3 vol% のスラリーを調製した。NaCl 溶液の濃度を変えることで粒子分散状態が異なるスラリーを 5 種類調製した。

(2) スラリー評価

各試料粉体について、良分散スラリーを調製し X 線透過型粒子径分布測定装置を用いて、一次粒子径の粒子径分布測定を行った。この測定では沈降法を利用しており、沈降相当径の粒子径分布を測定した。

また、調製した全てのスラリーは沈降静水圧測定、重力

沈降試験により粒子分散状態を評価した。沈降静水圧測定は、調製したスラリーを沈降管に投入し底部の静水圧を経時的に測定する手法である。粒子の沈降に伴って、スラリーの静水圧は減少していくため静水圧の減少勾配は粒子の沈降速度に依存する。粒子が分散しているほど沈降速度は遅く、静水圧の減少勾配も緩やかになることから分散状態評価を行うことができる。重力沈降試験は、沈降管に投入したスラリーの沈降終了後の堆積層高さを読み取り、物質収支より堆積層充填率を求めた。

3. 結果および考察

(1) 良分散スラリーの静水圧曲線

まず、アルミナ研磨材#3000 について、粒子径分布を測定した結果を図 1 (a) に示す。得られた粒子径分布から、以下の仮定に基づき、所定の粒子濃度の良分散状態のスラリーが示す静水圧曲線を計算により求めた。

＜計算の過程＞

- 粒子は一次粒子単位で完全に分散している。
- それぞれの粒子は(1)式で示す干渉沈降速度式¹⁾に従い沈降する。

$$u = \frac{(\rho_p - \rho_f) g x^2}{18 \mu} (1 - \phi_s)^n \quad (1)$$

ここで、 u は沈降速度、 ρ_p 、 ρ_f はそれぞれ粒子・分散媒の密度、 μ は分散媒の粘度、 g は重力加速度、 x は粒子径、 ϕ_s はスラリー中の粒子体積分率、 n は干渉沈降速度係数を表す。

- 粒子径分布を任意の区間に分割し、各区間の粒子が全て沈降を終えた時点で粒子濃度を再計算する。
- 静水圧の測定位置が底面より十分に高いため、堆積層形成による沈降距離の変化は考慮しない。

全ての区間の粒子が沈降を終えるまで逐次計算を行い、良分散スラリーの静水圧曲線を算出した。

アルミナ研磨材#3000、6 vol%，pH4.50、10.00 のスラリーの計算結果および実測値を図 1 (b)に示す。

実測した一次粒子径の粒子径分布から算出した良分散スラリーの静水圧曲線（計算線）は、pH10.00 の分散スラリーの実測値とよく一致していることがわかる。この結果から、良分散スラリーの静水圧曲線を算出可能であると判断できる。

一方で、pH4.50 のスラリーは沈降開始から 2 h 以降計算線から離れていくことがわかる。このようなスラリーの分散状態を定量的に示すために、まず、図 1(b)に示すような面積 A を求めた。実測した静水圧曲線から得られる面積 A と計算線の面積 A_{calc} との比を新規指標とした（式(2)）。

$$\text{面積比} = \frac{A}{A_{calc}} \quad (2)$$

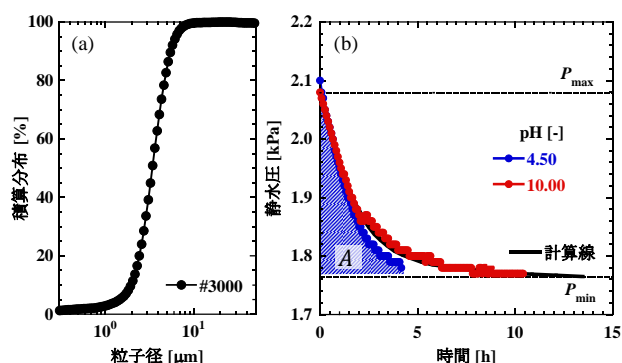


図 1 (a)#3000 の粒子径分布
(b)計算結果および実測値の静水圧曲線

(2) 新規指標の妥当性

スラリーの粒子濃度、原料粒子の粒子径、形状、材質の異なる各スラリーについて、式(2)を用いて静水圧曲線の面積比を求めた。この面積比とスラリー中粒子分散状態を表す堆積層充填率との関係を図 2 に示す。面積比が 1 に近い分散スラリーほど堆積層充填率が高い、右上がりの関係が得られた。この結果から、面積比を用いることで、スラリーの条件によらず粒子分散状態を定量的に評価できることがわかった。

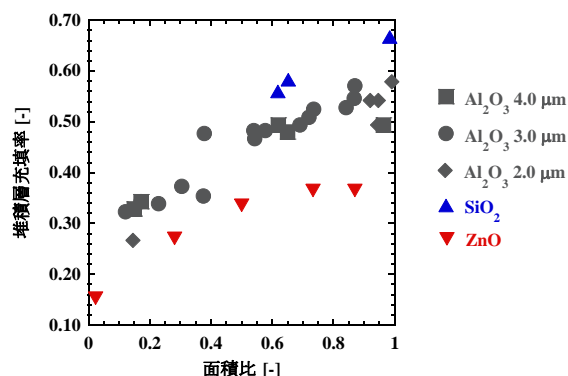


図 2 面積比と堆積層充填率の関係

4. 結言

あらゆるスラリー条件の粒子分散状態を定量的に表す新規指標について検討した。その結果、原料（一次粒子）の粒子径分布から計算される沈降静水圧曲線と実測した沈降静水圧曲線の面積比をとることによって、スラリー条件によらず粒子の分散状態を表すことができることがわかった。

謝辞：本研究は、JST の研究成果最適展開支援プログラム (A-STEP)・産業ニーズ対応タイプの支援を受け実施しました。ここに記して謝意を表します。

参考文献

- 1)Richardson, J. F. and N. W. Zaki, *Trans. Ins. Chem. Eng.*, 32, 35-53, (1954).